

**WEST**

Generate Collection

Print

L16: Entry 1 of 2

File: JPAB

Oct 12, 1999

PUB-NO: JP411279290A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11279290 A

TITLE: RECYCLED RUBBER MOLDED PRODUCT AND ITS PRODUCTION

PUBN-DATE: October 12, 1999

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

NAKAHAMA, HIDENARI

ISHII, YUJI

KAWASAKI, MASAOKI

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MITSUI CHEM INC

APPL-NO: JP10087215

APPL-DATE: March 31, 1998

INT-CL (IPC): C08 J 5/00; B29 C 43/02; C08 J 11/04

## ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To simply produce the subject molded product suitable for reutilizing a vulcanized rubber, especially a weather strip of an automotive part and slightly deteriorating physical properties at a low cost by adding a thermoplastic resin to the vulcanized rubber.

SOLUTION: This recycled rubber molded product is obtained by adding (B) a thermoplastic resin to (A) a cut or a pulverized material of a vulcanized rubber, melting the component A and press molding the resultant material. The amount of the added component B is 0.1-10 pts.wt. based on 100 pts.wt. of the component A. Furthermore, the component A is preferably a weather strip or a defective product rejected in a production process for the rubber or a waste rubber and is a shape memorizing vulcanized rubber having

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-279290

(43) 公開日 平成11年(1999)10月12日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I
C 0 8 J 5/00	C E Q	C 0 8 J 5/00 C E Q
B 2 9 C 43/02		B 2 9 C 43/02
// C 0 8 J 11/04	Z A B	C 0 8 J 11/04 Z A B
B 2 9 K 105:26		

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平10-87215

(22) 出願日 平成10年(1998)3月31日

(71) 出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72) 発明者 仲濱 秀斉

千葉県市原市千種海岸3番地 三井化学株式会社内

(72) 発明者 石井 雄二

千葉県市原市千種海岸3番地 三井化学株式会社内

(72) 発明者 川崎 雅昭

千葉県市原市千種海岸3番地 三井化学株式会社内

(74) 代理人 弁理士 柳原 成

(54) 【発明の名称】 リサイクルゴム成形体および製造方法

(57) 【要約】

【課題】 加硫ゴムを再利用して、物性低下の小さいリサイクルゴム成形体を低コストで簡単に製造する。

【解決手段】 加硫ゴムを切断した後、熱可塑性樹脂(A)を添加し、次に熱可塑性樹脂(A)を溶融させてプレス成形し、リサイクルゴム成形体を製造する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 加硫ゴム〔I〕の切断または粉碎物に熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)の熔融状態でプレス成形して得られるリサイクルゴム成形体。

【請求項2】 熱可塑性樹脂(A)の添加量が、加硫ゴム〔I〕100重量部に対して0.1～10重量部である請求項1記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項3】 加硫ゴム〔I〕は、自動車部品のウエザーストリップ、ゴム製造工程で発生した製品不良品または廃ゴムである請求項1または2記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項4】 加硫ゴム〔I〕は、形状賦形率が50%以上であり、かつ形状回復率が50%以上の形状記憶性加硫ゴムである請求項1ないし3のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項5】 加硫ゴム〔I〕は、エチレンと、炭素数3～20の $\alpha$ -オレフィンと、非共役ポリエンとからなるエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)およびポリオレフィン樹脂(C)を含むゴム組成物〔II〕が加硫された加硫ゴムである請求項1ないし4のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項6】 ゴム組成物〔II〕は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)中にポリオレフィン樹脂(C)の粒子がマイクロ分散している組成物であって、ポリオレフィン樹脂(C)の平均分散粒子径が0.1～100 $\mu$ mである請求項5記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項7】 ゴム組成物〔II〕は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対してポリオレフィン樹脂(C)5～50重量部を含むものである請求項5または6記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項8】 ポリオレフィン樹脂(C)は融点が70～200℃のものである請求項5ないし7のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体。

【請求項9】 加硫ゴム〔I〕を切断または粉碎した後、熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)を熔融させてプレス成形し、請求項1ないし8のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体を製造するリサイクルゴム成形体の製造方法。

【請求項10】 加硫ゴム〔I〕を切断または粉碎した後、ポリオレフィン樹脂(C)の融点以上に加熱し、次に熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)を熔融させてプレス成形し、請求項5ないし8のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体を製造するリサイクルゴム成形体の製造方法。

【請求項11】 プレス成形する金型内で熱可塑性樹脂(A)の融点以上の温度に加熱して熱可塑性樹脂(A)を熔融させる請求項9または10記載の製造方法。

【請求項12】 ポリオレフィン樹脂(C)の融点以上

に加熱した後、熱可塑性樹脂(A)を熔融することができ温度を維持した状態で熱可塑性樹脂(A)を添加して熱可塑性樹脂(A)を熔融させ、プレス成形する金型内では加熱しない請求項10記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、加硫ゴムを再利用するリサイクルゴム成形体およびその製造方法、特に自動車部品のウエザーストリップの再利用に好適なリサイクルゴム成形体およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】自動車部品には多くのゴム製品が使用されており、例えばタイヤにはスチレン・ブタジエン共重合体ゴム、ウエザーストリップにはエチレン・プロピレン・非共役ジエン共重合体ゴム(EPDM)を加硫した加硫ゴムが利用されている。このようなゴム製品の中で、タイヤのリサイクルは進んでいるが、それ以外のゴム製品のリサイクルはほとんど進んでおらず、有効なリサイクル技術が要望されている。しかし、ゴムは加硫により架橋されている架橋高分子であるので、単に加熱するだけでは可塑化せず成形が困難であり、他の成形体へのリサイクルが難しい。

【0003】従来、加硫ゴムの再生方法としてパン法が知られている。このパン法は、加硫ゴムを微粉碎した後、高温高压で脱硫して可塑性を再生する方法である。しかし、従来のパン法は、ゴムの微粉碎が難しいうえ、高温高压を必要とするためコスト高になり、またゴムの物性低下が大きいほか、再生ゴムに悪臭が残るという問題点がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、加硫ゴムを再利用して、低コストで簡単に製造でき、しかも物性低下の小さいリサイクルゴム成形体を提供することである。本発明の他の課題は、加硫ゴムを再利用して、物性低下の小さいリサイクルゴム成形体を低コストで簡単に製造することができるリサイクルゴム成形体の製造方法を提案することである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は次のリサイクルゴム成形体および製造方法である。

(1) 加硫ゴム〔I〕の切断または粉碎物に熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)の熔融状態でプレス成形して得られるリサイクルゴム成形体。

(2) 熱可塑性樹脂(A)の添加量が、加硫ゴム〔I〕100重量部に対して0.1～10重量部である上記(1)記載のリサイクルゴム成形体。

(3) 加硫ゴム〔I〕は、自動車部品のウエザーストリップ、ゴム製造工程で発生した製品不良品または廃ゴムである上記(1)または(2)記載のリサイクルゴム成形体。

(4) 加硫ゴム〔I〕は、形状賦形率が50%以上であり、かつ形状回復率が50%以上の形状記憶性加硫ゴムである上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体。

(5) 加硫ゴム〔I〕は、エチレンと、炭素数3~20の $\alpha$ -オレフィンと、非共役ポリエンとからなるエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム

(B)およびポリオレフィン樹脂(C)を含むゴム組成物(II)が加硫された加硫ゴムである上記(1)ないし(4)のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体。

(6) ゴム組成物(II)は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)中にポリオレフィン樹脂(C)の粒子がマイクロ分散している組成物であって、ポリオレフィン樹脂(C)の平均分散粒子径が0.1~100 $\mu$ mである上記(5)記載のリサイクルゴム成形体。

(7) ゴム組成物(II)は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対してポリオレフィン樹脂(C)5~50重量部を含むものである上記(5)または(6)記載のリサイクルゴム成形体。

(8) ポリオレフィン樹脂(C)は融点が70~200℃のものである上記(5)ないし(7)のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体。

(9) 加硫ゴム〔I〕を切断または粉砕した後、熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)を溶融させてプレス成形し、上記(1)ないし(8)のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体を製造するリサイクルゴム成形体の製造方法。

(10) 加硫ゴム〔I〕を切断または粉砕した後、ポリオレフィン樹脂(C)の融点以上に加熱し、次に熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)を溶融させてプレス成形し、上記(5)ないし(8)のいずれかに記載のリサイクルゴム成形体を製造するリサイクルゴム成形体の製造方法。

(11) プレス成形する金型内で熱可塑性樹脂(A)の融点以上の温度に加熱して熱可塑性樹脂(A)を溶融させる上記(9)または(10)記載の製造方法。

(12) ポリオレフィン樹脂(C)の融点以上に加熱した後、熱可塑性樹脂(A)を溶融することができる温度を維持した状態で熱可塑性樹脂(A)を添加して熱可塑性樹脂(A)を溶融させ、プレス成形する金型内では加熱しない上記(10)記載の製造方法。

【0006】本発明で用いる熱可塑性樹脂(A)は、熱可塑性の樹脂であれば特に制限されず、例えばポリエチ\*

$$\text{形状賦形率}(\%) = (18 - h1) / 18 \times 100 \quad \dots (1)$$

【0012】《発泡体の形状回復率》加硫された図1に示す高さ18mmのチューブ状スポンジを再度180℃のオープン中に5分間放置し、その後取り出し、室温

(25℃)で1日放置後高さh2(mm)を測定し、次※50

\*レン、ポリプロピレン、ポリブテン-1、ポリ4-メチルペンテン-1などがあげられる。これらの中ではポリプロピレンが好ましい。ポリプロピレンはプロピレンの単独重合体であってもよいし、少量の他のモノマー、例えば炭素数2または4~20、好ましくは2または4~10の $\alpha$ -オレフィンとの共重合体であってもよい。熱可塑性樹脂(A)は1種単独で使用することもできるし、2種以上を組合せて使用することもできる。

【0007】熱可塑性樹脂(A)は加硫ゴム〔I〕の表面に均一に付着しやすいようにパウダー状で使用するのが好ましい。熱可塑性樹脂(A)の使用量は、加硫ゴム〔I〕100重量部に対して0.1~10重量部、好ましくは1~5重量部とするのが望ましい。

【0008】本発明のリサイクルゴム成形体は、加硫ゴム〔I〕を主な原料とするゴム成形体であり、加硫ゴム〔I〕の切断または粉砕物に前記熱可塑性樹脂(A)を添加し、この熱可塑性樹脂(A)が溶融した状態でプレス成形して得られるゴム成形体である。

【0009】加硫ゴム〔I〕としては、ゴム製品として利用されたゴムを再利用するのが好ましく、発泡体(スポンジ)であっても非発泡体(ソリッド加硫ゴム)であってもよい。再利用する加硫ゴム〔I〕の具体的なものとしては、自動車部品のウエザーストリップ、ゴム製造工程で発生した製品不良品、または都市ゴム、産業廃棄物などに含まれる廃ゴムなどがあげられる。自動車部品のウエザーストリップにはエチレン・プロピレン・非共役ジエン共重合体(EPM)またはEPM中にポリオレフィン樹脂が分散したゴム組成物を加硫した加硫ゴムが広く利用されているが、本発明においてはこのようなEPMの加硫ゴムを、原料となる加硫ゴム〔I〕として好ましく使用できる。

【0010】加硫ゴム〔I〕としては、形状賦形率が50%以上、好ましくは80~100%であり、かつ形状回復率が50%以上、好ましくは60~100%である形状記憶性加硫ゴムを使用するのが好ましい。上記形状賦形率および形状回復率は次の方法で求めた値である。

【0011】《発泡体の形状賦形率》

1) 加硫された図1に示す高さ18mmのチューブ状スポンジを長さ50mmに切断した後、圧縮永久歪み試験用治具で50%圧縮して押潰し、その状態で180℃のオープンに入れて5分間放置する。

2) その後押潰したままの状態を5分間水冷する。

3) 治具より試料をはずし、室温(25℃)で1日後放置した後、高さh1(mm)を測定し、次式(1)から求める。

※式(2)から求める。

$$\text{形状回復率}(\%) = h2 / 18 \times 100 \quad \dots (2)$$

【0013】《非発泡体の形状賦形率》

1) 厚さ2mmの加硫シートから幅10mm、長さ80

mmの短冊状の試験片を打ち抜き、この試験片に距離30mmで2本の標線を引く。

2) この試験片を、治具を用いて標線間を60mmに伸長し、その状態で180℃のオープンに入れて5分間放置する。

\*

$$\text{形状賦形率}(\%) = (a - 30) / (60 - 30) \times 100 \quad \dots (3)$$

【0014】《非発泡体の形状回復率》

1) 厚さ2mmの加硫シートから幅10mm、長さ80mmの短冊状の試験片を打ち抜き、この試験片に距離30mmで2本の標線を引く。

2) この試験片を180℃のオープン中に5分間放置 ※

$$\text{形状回復率}(\%) = (a - b) / (a - 30) \times 100 \quad \dots (4)$$

【0015】加硫ゴム〔I〕としては、エチレンと、炭素数3～20の $\alpha$ -オレフィンと、非共役ポリエンとからなるエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)およびポリオレフィン樹脂(C)を含むゴム組成物〔II〕が加硫された加硫ゴムが好ましい。特にエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)中にポリオレフィン樹脂(C)の粒子がミクロ分散しているゴム組成物〔II〕であって、ポリオレフィン樹脂(C)の平均分散粒子径が0.1～100 $\mu$ m、好ましくは0.2～10 $\mu$ mであるゴム組成物〔I〕が加硫された加硫ゴムが好ましい。このような加硫ゴム〔I〕の具体的なものとして、自動車部品のウエザーストリップなどがあげられる。

【0016】ここで平均分散粒子径は、加硫ゴム〔I〕またはゴム組成物〔II〕の切片を電子顕微鏡で撮影した10000倍の写真から求められる値である。なお加硫ゴム〔I〕の切片から求められる値とゴム組成物〔II〕の切片から求められる値はほぼ同じである。

【0017】前記エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)は、エチレンと、炭素数3～20の $\alpha$ -オレフィンと、非共役ポリエンとをランダム共重合して得られるエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴムである。

【0018】上記 $\alpha$ -オレフィンは炭素数3～20の $\alpha$ -オレフィンであり、中でもプロピレン、1-ブテン、4-メチル-1-ペンテン、1-ヘキセン、1-オクテン等の炭素数3～10の $\alpha$ -オレフィンが好ましく、特にプロピレン、1-ブテンが好ましい。すなわち、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)としてエチレン・プロピレン・非共役ポリエン共重合体ゴム、エチレン・1-ブテン・非共役ポリエン共重合体ゴムが好ましい。

【0019】エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)は、エチレンと $\alpha$ -オレフィンとのモル比(エチレン/ $\alpha$ -オレフィン)が60/40～85/15、好ましくは65/35～80/20の範囲にあるものが望ましい。

【0020】前記非共役ポリエンとしては、環状または★50

\* 3) その後伸長を与えたままの状態です2分間水冷する。

4) 治具より試験片をはずして伸長を解除し、室温(25℃)下で1日放置した後、標線間の距離(a)を測定し、下式(3)から求める。

※し、その後取り出し、室温で30分間放置し、標線間の距離(b)を測定し、次式(4)から求める。なお式中のaは前記形状賦形率の測定の際に求めた標線間の距離10である。

★鎖状の非共役ポリエンが用いられる。環状非共役ポリエンとしては、たとえば5-エチリデン-2-ノルボルネン、ジシクロペンタジエン、5-ビニル-2-ノルボルネン、ノルボルナジエン、メチルテトラヒドロインデンなどがあげられる。また鎖状の非共役ポリエンとしては、たとえば1,4-ヘキサジエン、7-メチル-1,6-オクタジエン、8-メチル-4-エチリデン-1,7-ノナジエン、4-エチリデン-1,7-ウンデカジエンなどがあげられる。これらの非共役ポリエンは、単独または2種以上混合して用いられ、その共重合量は、ヨウ素価表示で1～40、好ましくは2～35、より好ましくは3～30であることが望ましい。

【0021】エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)の135℃デカヒドロナフタレン中で測定した極限粘度 $[\eta]$ は0.8～4dl/g、好ましくは1～3.5dl/g、より好ましくは1.1～3dl/gの範囲にあるのが望ましい。エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)は、不飽和カルボン酸またはその誘導体、例えば酸無水物などがグラフト共重合した変性物であってもよい。エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)としては、エチレン・プロピレン・非共役ジエン共重合体ゴムが最も好ましい。

【0022】エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)は1種単独で使用されていてもよいし、2種以上が組み合されて使用されていてもよい。上記のような特性を有するエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)は、「ポリマー製造プロセス(株)工業調査会発行、P.309～330」などに記載されているような公知の方法により調製される。

【0023】前記ポリオレフィン樹脂(C)は、結晶性樹脂であってもよいし、非晶性樹脂であってもよいが、結晶性樹脂が好ましい。ポリオレフィン樹脂(C)として用いられる結晶性樹脂としては、炭素数2～12の $\alpha$ -オレフィンの単独重合体または共重合体などがあげられる。

【0024】この重合形式は、ランダム重合、ブロック

重合の何れでも良い。ランダム共重合体の場合、少ない方の $\alpha$ -オレフィン構造単位が通常40モル%以下、好ましくは30モル%以下で含まれている $\alpha$ -オレフィン共重合体が望ましい。炭素数2~12の $\alpha$ -オレフィンとしては、たとえばエチレン、プロピレン、1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、4-メチル-1-ペンテン、1-オクテン、1-デセンなどがあげられる。

【0025】結晶性のポリオレフィン樹脂(C)としてはポリプロピレンおよびポリブテンが好ましい。具体的には、プロピレン単体重合体、プロピレンと1種以上の炭素数2~12の $\alpha$ -オレフィンとの共重合体、1-ブテン単体重合体、および1-ブテンと1種以上の炭素数2~12の $\alpha$ -オレフィンとの共重合体が好ましい。共重合体の場合、プロピレンまたは1-ブテンと共重合する $\alpha$ -オレフィンの含有量は20~1モル%、好ましくは15~1モル%であるのが望ましい。

【0026】ポリオレフィン樹脂(C)として用いられる非晶性樹脂としては、たとえばエチレン・環状オレフィン共重合体などがあげられる。

【0027】ポリオレフィン樹脂(C)は示差走査熱量計(DSC)で測定した融点(Tm)が70~200℃、好ましくは80~180℃のものが望ましい。またポリオレフィン樹脂(C)の分散粒子のアスペクト比(長径/短径)は5以下、好ましくは1~3であるのが望ましい。アスペクト比が5以下である場合、ポリオレフィン樹脂(C)粒子のマイクロ分散が良好である。ポリオレフィン樹脂(C)は1種単独で使用することもできるし、2種以上を組み合わせて使用することもできる。

【0028】ポリオレフィン樹脂(C)はエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)中に30 ミクロ分散しているのが好ましいが、このようなポリオレフィン樹脂(C)のモルフォロジー(相形態)は、溶融状態のポリオレフィン樹脂(C)に剪断力を与えることにより達成できる。たとえば、ポリオレフィン樹脂(C)がプロピレン単体重合体(C)の場合、200℃の温度条件で、二軸押出機中でプロピレン単体重合体(C)に比エネルギーを0.01kW・hr/kg以上、好ましくは0.02kW・hr/kg以上を与えれば良い。温度条件、剪断エネルギーの不足により、ポリオレフィン樹脂(C)の平均分散粒子径が100 $\mu$ mを超えると、リサイクルゴム成形体の物性が低下する傾向がある。

【0029】一方、ポリオレフィン樹脂(C)がエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)との親和性があまりに良過ぎて、たとえばエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)とポリオレフィン樹脂(C)とが分子レベルで相溶すると、ゴム弾性が低下するという欠点が生じる傾向がある。したがって、ポリオレフィン樹脂(C)とエチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム

(B)の種類は両者が分子レベルで相溶しない範囲で選択されているのが好ましい。

【0030】ゴム組成物[II]の各成分の含有割合は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対してポリオレフィン樹脂(C)3~50重量部、好ましくは5~40重量部、さらに好ましくは5~30重量部であるのが望ましい。

【0031】ポリオレフィン樹脂(C)の配合量は、上記範囲を満たし、かつゴム組成物[II]の硬さ(JIS K 6301で規定されているA硬度=Y)とポリオレフィン樹脂(C)の配合量(X)とが、

$$Y = (0.5 \pm 0.2) X + a$$

〔式中、Xはポリオレフィン樹脂(C)の配合量(単位:重量部、成分(B)と(C)との合計量は100重量部)であり、aはポリオレフィン樹脂(C)配合による硬度アップ分をこのゴム組成物の硬度から引いた硬度である。〕の関係を満たすのが好ましい。

【0032】またポリオレフィン樹脂(C)の配合量は、前記範囲を満たし、かつゴム組成物[II]を加硫して得られる非発泡加硫ゴム成形体の硬さ(JIS K 6301で規定されているA硬度=Y)とポリオレフィン樹脂(C)の配合量(X)とが、

$$Y = (0.5 \pm 0.2) X + a$$

〔式中、Xはポリオレフィン樹脂(C)の配合量(単位:重量部、成分(B)と(C)との合計量は100重量部)であり、aはポリオレフィン樹脂(C)配合による硬度アップ分をこのゴム成形体の硬度から引いた硬度である。〕の関係を満たすのが好ましい。

【0033】ゴム組成物[II]には前記エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)およびポリオレフィン樹脂(C)に加えて、少なくとも加硫剤が使用され、また必要により他の成分、たとえば加硫促進剤、加硫助剤、他のゴム、軟化剤、補強材、充填材、加工助剤、顔料、老化防止剤、発泡剤等の通常ゴムの製造に使用される配合剤が配合されていてもよい。

【0034】加硫剤としては、イオウ系化合物および有機過酸化物などをあげることができる。イオウ系化合物としては、たとえばイオウ、塩化イオウ、二塩化イオウ、モルフォリンジスルフィド、アルキルフェノールジスルフィド、テトラメチルチウラムジスルフィド、ジチオカルバミン酸セレンなどがあげられる。これらの中ではイオウが好ましい。イオウ系化合物の使用量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対して、通常0.1~10重量部、好ましくは0.3~5重量部、より好ましくは0.5~3重量部であるのが望ましい。

【0035】有機過酸化物としては、ジクミルペルオキシド、2,5-ジメチル-2,5-ジ(tert-ブチルペルオキシ)ヘキサン、2,5-ジメチル-2,5-ジ(ペンゾイルペルオキシ)ヘキサン、2,5-ジメチル-

2, 5-ジ(ト-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3、ジ-ト-ブチルペルオキシド、ジ-ト-ブチルペルオキシ-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、ト-ジブチルヒドロペルオキシドなどがあげられる。これらの中ではジクミルペルオキシド、ジ-ト-ブチルペルオキシド、ジ-ト-ブチルペルオキシ-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサンが好ましい。有機過酸化物の使用量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100gに対して、通常 $3 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-2}$ モル、好ましくは $1 \times 10^{-3} \sim 3 \times 10^{-2}$ モルであるのが望ましい。

【0036】加硫剤としてイオウ系化合物を使用する場合には、加硫促進剤の併用が好ましい。加硫促進剤としては、たとえば、N-シクロヘキシル-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミド、N-オキシジエチレン-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミド、N, N'-ジイソプロピル-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミド、2-メルカプトベンゾチアゾール、2-(2, 4-ジニトロフェニル)メルカプトベンゾチアゾール、2-(2, 6-ジエチル-4-モルフォリノチオ)ベンゾチアゾール、ジベンゾチアジール-ジスルフィド等のチアゾール系化合物；ジフェニルグアニジン、トリフェニルグアニジン、ジオルソトリルグアニジン等のグアニジン系化合物；アセトアルデヒド-アニリン縮合物、ブチルアルデヒド-アニリン縮合物等のアルデヒドアミン系化合物；2-メルカプトイミダゾリン等のイミダゾリン系化合物；ジエチルチオウレア、ジブチルチオウレア等のチオウレア系化合物；テトラメチルチウラムモノスルフィド、テトラメチルチウラムジスルフィド等のチウラム系化合物；ジメチルジチオカルバミン酸亜鉛、ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛、ジエチルジチオカルバミン酸テルル等のジチオカルバミン酸塩系化合物；ジブチルキサントゲン酸亜鉛等のザンテート系化合物；その他亜鉛華などをあげることができる。これらの加硫促進剤の使用量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対して0.1~20重量部、好ましくは0.2~10重量部、より好ましくは0.5~5重量部であるのが望ましい。

【0037】加硫剤として有機過酸化物を使用する場合は、加硫剤の併用が好ましい。加硫剤としては、たとえば、硫黄；p-キノンジオキシム等のキノンジオキシム系；エチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート等の(メタ)アクリル系化合物；ジアリルフタレート、トリアリルイソシアヌレート等のアリル系化合物；その他マレイミド系化合物、ジビニルベンゼン(DVB)などがあげられる。

【0038】このような加硫剤の使用量は、使用する有機過酸化物1モルに対して0.5~2モル、好ましくは均等モルであるのが望ましい。他のゴムとしては、天然ゴム、スチレン・ブタジエンゴム、ニトリルゴム、ク

ロロプレングム、アクリルゴム、水添NBRなどがあげられる。

【0039】軟化剤としては、通常ゴムに用いられる軟化剤を使用することができる。例えば、プロセスオイル、潤滑油、パラフィン、流動パラフィン、石油アスファルト、ワセリン等の石油系軟化剤；コールタール、コールタールピッチ等のコールタール系軟化剤；ヒマシ油、ナタネ油、大豆油、ヤシ油等の脂肪油系軟化剤；トール油；蜜ロウ、カルナウバロウ、ラノリン等のロウ類；リシノール酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸カルシウム等の脂肪酸またはその金属塩；ナフテン酸またはその金属塩；バイン油、ロジンまたはその誘導体；テルペン樹脂、石油樹脂、クマロンインデン樹脂、アタクチックポリプロピレン等の合成高分子物質；ジオクチルフタレート、ジオクチルアジペート、ジオクチルセバケート等のエステル系可塑剤；ジイソドデシルカーボネート等の炭酸エステル系可塑剤；その他マイクロクリスタリンワックス、サブ(ファクサス)、液状ポリブタジエン、変性液状ポリブタジエン、液状チオコール、炭化水素系合成潤滑油などがあげられる。軟化剤の配合量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対して200重量部以下であるのが好ましい。

【0040】補強材としては、たとえばSRF、GPF、FEF、MAF、ISAF、SAF、FT、MTなどの各種のカーボンブラック、微粉ケイ酸などがあげられる。充填材としては、たとえば軽質炭酸カルシウム、重質炭酸カルシウム、タルク、クレーなどがあげられる。これらの補強材および充填材の配合量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対して、通常200重量部以下、好ましくは150重量部以下であるのが望ましい。

【0041】加工助剤としては、通常のゴム加工に使用される加工助剤を使用することができる。このような加工助剤としては、たとえばリシノール酸、ステアリン酸、パルミチン酸、ラウリン酸等の高級脂肪酸；ステアリン酸バリウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛等の高級脂肪酸塩；リシノール酸エステル、ステアリン酸エステル、パルミチン酸エステル、ラウリン酸エステル等の高級脂肪酸エステル類などがあげられる。これらの加工助剤の配合量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対して、通常約10重量部以下、好ましくは約1~5重量部であるのが望ましい。

【0042】顔料としては、公知の無機顔料(たとえばチタンホワイト)および有機顔料(たとえばナフトールグリーンB)があげられる。これらの顔料の配合量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)100重量部に対して、最大20重量部、好ましくは最大10重量部であるのが望ましい。

## 11

【0043】老化防止剤としては、たとえばフェニルブチルアミン、N, N'-ジ-2-ナフチル-p-フェニレンジアミン等の芳香族第二アミン系安定剤；ジブチルヒドロキシルエン、テトラキス〔メチレン(3, 5-ジ-*tert*-ブチル-4-ヒドロキシ)ヒドロシナメート〕メタン等のフェノール系安定剤；ビス〔2-メチル-4-(3-n-アルキルチオプロピオニルオキシ)-5-*tert*-ブチルフェニル〕スルフィド等のチオエーテル系安定剤；ジブチルジチオカルバミン酸ニッケル等のジチオカルバミン酸塩系安定剤などがあげられる。このような老化防止剤の配合量は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B) 100重量部に対して、通常0.1~5重量部、好ましくは0.5~3重量部であるのが望ましい。

【0044】ゴム組成物〔II〕を加硫して得られる加硫ゴム〔I〕は、非発泡体であってもよいし、発泡体であってもよい。発泡体形成に際して使用される発泡剤としては、市販の発泡剤の何れもが好適に使用することができる。たとえば、重炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、重炭酸アンモニウム、炭酸アンモニウム、亜硝酸アンモニウム等の無機系発泡剤；N, N'-ジニトロテレフタルアミド、N, N'-ジニトロソペンタメチレンテトラミン等のニトロソ化合物；アゾジカルボンアミド、アゾビスイソブチロニトリル、アゾシクロヘキシルニトリル、アゾジアミノベンゼン、バリウムアゾジカルボキシレート等のアゾ化合物；ベンゼンスルフォニルヒドラジド、トルエンスルフォニルヒドラジド、p, p'-オキシビス(ベンゼンスルフォニルヒドラジド)ジフェニルスルフォン-3, 3'-ジスルフェニルヒドラジド等のスルフォニルヒドラジド化合物；カルシウムアジド、4, 4'-ジフェニルスルホニルアジド、パラトルエンスルホニルアジド等のアジド化合物などがあげられる。これらの中ではアゾ化合物、スルフォニルヒドラジド化合物、アジド化合物が好適に使用される。

【0045】これらの発泡剤の配合量は、加硫発泡後の発泡体の比重が0.01~0.9になるよう適宜選択されるが、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B) 100重量部に対して、通常0.5~30重量部、好ましくは1~20重量部、より好ましくは2~10重量部であるのが望ましい。

【0046】また、必要に応じて発泡剤とともに発泡剤が併用されていても差し支えない。発泡剤の添加は、発泡剤の分解温度の調節、気泡の均一化などに効果がある。発泡剤としては、たとえばサリチル酸、フタル酸、ステアリン酸、シュウ酸等の有機酸、尿素およびその誘導体などがあげられる。

【0047】ゴム組成物〔II〕は、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)中にポリオレフィン樹脂(C)の粒子をマイクロ分散させることにより製造することができる。ポリオレフィン樹脂(C)の

## 12

粒子をマイクロ分散させるには、1)エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)およびポリオレフィン樹脂(C)を混合し、熔融状態で混練してポリオレフィン樹脂(C)に剪断作用(剪断力)を与える方法；2)エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)と有機溶媒とからなるゴム混合物にポリオレフィン樹脂(C)を添加し、ゴム混合物とポリオレフィン樹脂(C)とを混練、脱溶媒する方法などがあげられる。いずれの方法においても、他の添加剤を添加する場合は、上記方法によりポリオレフィン樹脂(C)を均一に分散させた後、この分散物(混練物)に他の添加剤を添加して混練するのが好ましい。

【0048】前記1)の方法としては、具体的には次のような方法が例示される。すなわち、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B)およびポリオレフィン樹脂(C)を二軸押出機で200~300℃で2~10分間混合、混練する。次に、得られた混練物と、他の添加剤とをバンバリーミキサー等のミキサー類を用いて80~170℃で3~10分間混練する。次に、得られた混練物に加硫剤、加硫助剤などをオープンロールなどのロール類を用いて追加混合し、ロール温度40~80℃で3~30分間混練して分出しし、リボン状またはシート状のゴム組成物〔II〕(未加硫ゴム配合物)を調製する。

【0049】前記2)の方法としては、具体的には次のような方法が例示される。すなわち、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・非共役ポリエン共重合体ゴム(B) 100重量部と有機溶媒3~10重量部とからなるゴム混合物を多段ベント式押出機の供給部から押出機内に導入するとともに、不活性ガス雰囲気下でポリオレフィン樹脂(C)を他の供給部から押出機内部に導入し、ゴム混合物とポリオレフィン樹脂(C)とを混練、脱溶媒する。その後は、前記1)で例示した方法と同じ方法で他の添加剤を混練し、続いて加硫剤、加硫助剤などを混練することにより、ゴム組成物〔II〕を調製する。

【0050】加硫は、次のような方法が例示される。すなわち、ゴム組成物〔II〕を押出機、カレンダーロール、プレス、射出成形機、トランスファー成形機などにより目的とする形状に成形し、成形と同時にまたはその成形体を加硫槽内で、通常150~270℃で約1~30分間加熱する方法により加硫するか、または発泡するとともに加硫する。加硫槽としては、スチーム加硫缶、熱空気加硫槽、ガラスビーズ流動床、熔融塩加硫槽、マイクロ波槽などがあげられる。これらの加硫槽は、単独または組み合わせて使用される。

【0051】本発明の製造方法では、加硫ゴム〔I〕を切断または粉碎した後、前記熱可塑性樹脂(A)を添加し、熱可塑性樹脂(A)を溶融させてプレス成形することにより前記リサイクル成形体を製造する。加硫ゴム〔I〕が前記ゴム組成物〔II〕の加硫物である場合は、

熱可塑性樹脂(A)を添加する前に、ポリオレフィン樹脂(C)の融点以上に加熱するのが好ましい。

【0052】加硫ゴム(I)は平均粒子径が10mm以下、好ましくは5~0.1mmのサイズとなるように切断または粉砕するのが好ましい。加硫ゴム(I)を切断または粉砕するには、ロータリーカッター、回転ディスク式粉砕装置、カッティング式粉砕装置、気流破砕式粉砕装置、氷結粉砕機などの公知の切断装置または粉砕装置により行うことができる。

【0053】熱可塑性樹脂(A)は加硫ゴム(I)の切断または粉砕物の表面に均一に付着させるために、パウダー状のもの、好ましくは平均粒子径が500~200μm、さらに好ましくは200~50μmのものを添加するのが好ましい。熱可塑性樹脂(A)の添加量は加硫ゴム(I)100重量部に対して0.1~10重量部、好ましくは1~5重量部であるのが望ましい。熱可塑性樹脂(A)の添加量が少ないと成形が困難となり、一方多い場合にはリサイクル成形体が硬くなり、ゴムのリサイクル製品として好ましくない。

【0054】添加した熱可塑性樹脂(A)を熔融させるには、プレス成形機の金型内で熱可塑性樹脂(A)の融点以上に加熱することにより行うことができる。また熱可塑性樹脂(A)を添加する前にポリオレフィン樹脂(C)の融点以上に加熱する場合は、加硫ゴム(I)を加熱した後、熱可塑性樹脂(A)を熔融させることができる温度を維持した状態で熱可塑性樹脂(A)を添加して熱可塑性樹脂(A)を熔融させ、プレス成形機の金型内では加熱せず、冷却金型でプレス成形する方法を採用することもできる。熱可塑性樹脂(A)を熔融させる温度は、ポリオレフィン樹脂(C)の融点以上であるのが好ましい。

【0055】このような本発明の製造方法では、加硫ゴム(I)の切断または粉砕物に熱可塑性樹脂(A)を添加し、熔融して成形しているので、ゴムを低コストでリサイクルすることができ、物性低下の小さいリサイクルゴム成形体を簡単に得ることができる。このようにして製造された本発明のリサイクルゴム成形体はシート、クッション材、シール材、ロール、ホースなどとして利用することができる。

【0056】

【発明の効果】本発明のリサイクルゴム成形体は、加硫ゴムの切断または粉砕物に熱可塑性樹脂を添加し、この樹脂の熔融状態でプレス成形して得られる成形体であるので、加硫ゴムを再利用して、低コストで簡単に製造でき、しかも物性の低下は小さい。本発明のリサイクルゴム成形体の製造方法は、加硫ゴムの切断または粉砕した後、熱可塑性樹脂を添加して、この熱可塑性樹脂を熔融させてプレス成形しているので、加硫ゴムを再利用して、物性低下の小さいリサイクルゴム成形体を低コストで簡単に製造することができる。

【0057】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施例について説明する。

【0058】実施例1

まず表1に示す配合剤を二軸押出機(東芝機械(株)製:50φ二軸押出機、L/D=45)により設定温度230℃、スクリュウ回転数200rpmで、熔融状態で混合、混練し、配合物-Aを得た。混合、混練時の比エネルギーは0.06kW・h/kgであった。

【0059】

【表1】

表1

配 合 剤	配合量 (重量部)
EPTゴム(B成分) *1	100
結晶性ポリプロピレン(C成分) *2	20

\*1 エチレン・プロピレン・5-エチリデン-2-ノルボルネン共重合体ゴム、エチレン/プロピレンのモル比=72/63、135℃デカヒドロナフタレン中で測定した極限粘度 $[\eta]=2.7\text{dl/g}$ 、ヨウ素価=22

\*2 ビカット軟化点=150℃

【0060】上記配合物-Aの切片をルテニウム酸で染色し、走査型電子顕微鏡(日本電子(株)製:T330A、商標)で、10,000倍の写真を撮り、画像解析装置((株)ピアス製:LA-500、商標)で写真中の結晶性ポリプロピレン粒子の平均分散粒子径を求めたところ0.3μmであった。

【0061】次に上記配合剤-Aを表2に示す割合で用いて、BB2型バンバリーミキサー(神戸製鋼所製)で混練してゴム組成物-Aを調製し、次に冷却後、14インチオープンロール(日本ロール(株)製)に巻き付け、表3に示した組成の形状記憶性を有するゴム組成物-Bを得た。そのロールからリボン状に切り出した。

【0062】

【表2】

表2

配 合 剤	配合量(重量部)
配合物-A *1	120
亜鉛華 *2	5
ステアリン酸	2
SRF カーボン *3	50
軟化剤 *4	40

50 \*1 表1に示す配合物

- \*2 堺化学(株)製  
 \*3 旭カーボン(株)製、旭井50、商標  
 \*4 出光興産(株)製、ダイアナプロセスオイルPW  
 380、商標  
 【0063】  
 【表3】  
 表3

配 合 剤	配合量(重量部)
ゴム組成物-A *1	274
発泡剤 *2	3.0
促進剤MBT *3	1.0
促進剤ZnBDC *4	1.0
促進剤EU *5	0.5
促進剤TETD *6	0.8
硫 黄	1.0

- \*1 表2に示すゴム組成物  
 \*2 永和化成(株)製、ネオセルボンN1000S  
 W、商標  
 \*3 三新化学(株)製、サンセラーM、商標  
 \*4 三新化学(株)製、サンセラーBZ、商標  
 \*5 三新化学(株)製、サンセラー22、商標  
 \*6 三新化学(株)製、サンセラーTET、商標

【0064】次に、得られたリボン状のゴム組成物-B  
 をダイおよびバレルの温度を60℃、またスクリー温  
 度を40℃に制御した60mm径の押出機で押出成形  
 し、得られた成形品を引続き220℃に制御された熱風  
 槽に連続的に導き、5分間加熱して加硫および発泡させ  
 て、図1に示す形状のチューブ状スポンジを得た。この  
 スポンジを得る際に用いた口金の断面を図2に示す。こ  
 のスポンジ物性を表4に示す。

【0065】

【表4】

表4

		実施例1 (リサイクル前)
構 成		
EPTゴム		100
結晶性ポリプロピレン		20
発泡剤		3.0
DSCで測定した融点(℃) (結晶性ポリプロピレン)		160
平均分散粒子径(μm) (結晶性ポリプロピレン)		0.3
スポンジ物性		
比 重	*1	0.51
吸水率(%)	*2	5
引張試験		
T <sub>1</sub> (MPa)	*3	3.5
E <sub>1</sub> (%)	*3	350
圧縮永久歪(%)	*4	20
形状賦形率(%)	*5	100
形状回復率(%)	*6	100

【0066】表4の注

\*1 比重測定： 加硫した図1のチューブ状スポンジ  
 から、長さ20mmのチューブ状の試験片を打抜き、表  
 面の汚れをアルコールで拭取った。この試験片を25℃  
 雰囲気下で自動比重計(東洋精機製作所製：M-1型)  
 に取付け、空気中と純水中の質量の差から比重測定を行  
 った。

【0067】\*2 吸水率測定： 加硫した図1のチュ  
 ーブ状スポンジから長さ20mmのチューブ状の試験片  
 を打抜き、試験片の重量を測定した。次の吸引口の付い  
 たデシケーターに底から100mm以上水を入れ、その  
 中に試験片を入れた。試験片は浮いてこないように金網  
 により水面下に沈めた。この状態でデシケーターの内部  
 を真空ポンプで減圧下にし、635mmHgで保持し  
 た。3分後減圧を解除し、さらに3分間保持した。試験  
 片を取出し、表面の水滴を拭取った後重量を測定し、次  
 式から吸水率を算出した。

$$\text{吸水率}(\%) = (W2 - W1) / W1 \times 100$$

(式中、W1：浸漬前の重量(g)、W2：浸漬後の重  
 量(g))

【0068】\*3 引張試験： 加硫した図1のチュ  
 ーブ状スポンジから、JIS K 6301(1989  
 年)に記載してある3号型ダンベルで試験片を打抜い  
 た。この試験片を用いて同JIS K 6301第3項に  
 規定されている方法に従い、測定温度25℃、引張速度  
 50 500mm/分の条件で引張試験を行い、引張破断点応

力 $T_B$ と引張破断点伸び $E_B$ を測定した。

【0069】\*4 圧縮永久歪試験： 加硫した図1のチューブ状スポンジを30mmの長さに切断し、圧縮永久歪測定金型に取付けた。試験片の高さが、荷重をかけて前の高さの1/2になるよう圧縮し、金型ごと70℃のギヤーオープン中に入れ、200時間熱処理した。30分間放冷後、試験片の高さを測定し、次式から圧縮永久歪を算出した。

$$\text{圧縮永久歪}(\%) = (t_0 - t_1) / (t_0 - t_2) \times 100$$

(式中、 $t_0$ ：試験片の試験前の高さ、 $t_1$ ：試験片を熱処理し、30分間放冷した後の高さ、 $t_2$ ：試験片の測定金型に取付けた状態での高さ)

【0070】\*5 形状賦形率：

1) 加硫した図1の高さ18mmのチューブ状スポンジを長さ5mmに切断した後、圧縮永久歪試験用治具で50%圧縮して押潰し、その状態で180℃のオープンに入れて5分間放置した。

2) その後押潰したままの状態です分間水冷した。

3) 治具より試料をはずし、室温(25℃)で1日後放置した後、高さ $h_1$ (mm)を測定し、次式から求めた。

$$\text{形状賦形率}(\%) = (18 - h_1) / 18 \times 100$$

【0071】\*6 形状回復率： 加硫した図1の高さ18mmのチューブ状スポンジを再度180℃のオープン中に5分間放置し、その後取り出し、室温(25℃)で1日放置後高さ $h_2$ (mm)を測定し、次式から求めた。

$$\text{形状回復率}(\%) = h_2 / 18 \times 100$$

【0072】図1のチューブ状スポンジを用いて以下の方法により、リサイクルゴム成形体を製造した。

1) スポンジを3mm×3mm×2mmのサイズに切断し、リサイクルするために、スポンジの原料中に含まれ\*

表6

		実施例2	実施例3
EPTゴム(B成分)	*1	100	100
ポリプロピレン(C成分)		20	—
ポリブテン(C成分)		—	20
ステアリン酸		1	1
亜鉛華1号		5	5
FEFカーボンブラック	*2	125	125
パラフィン系プロセスオイル	*3	90	90

\*1 EPTゴム： 表1の\*1参照

\*2 商品名 シースSO、東海カーボン(株)製

\*3 商品名 PW90、出光興産(株)製

【0076】上記のようにして得られたコンパウンドを冷却した後、硫黄1.5重量部、加硫促進剤MBT〔商※50

\*ている結晶性ポリプロピレンの融点以上である180℃で3分間熱入れした。

2) 160℃以上の熱を保持したまま、ポリプロピレンのパウダーを、スポンジ100重量部に対して3重量部の割合で配合してスポンジ表面に付着するように混ぜ合せた。

3) その後、冷却金型(2mm×125mm×125mm)にキャビティー充填率110vol%で入れ、50tプレス機を用いて加圧(25℃-2分)することにより、リサイクルゴム成形体を得た。

【0073】上記方法により得られたリサイクルゴム成形体の物性を表5に示す。

【表5】

表5

		実施例1
リサイクル後のスポンジ物性		
比重	*1	0.7
吸水率(%)	*2	10
引張試験		
$T_B$ (MPa)	*3	5.2
$E_B$ (%)	*3	280

\*1~\*3 表4の\*1~\*3参照

【0074】実施例2、3

容量4.3 literのバンバリーミキサー〔(株)神戸製鋼所製〕を用いて、表6に示した配合割合で各ゴム配合剤を充填率70%で5分間混練し、コンパウンドを得た。

【0075】

【表6】

※品名 ノクセラーM、大内新興化学工業(株)製〕1.5重量部、加硫促進剤ZnBDC〔商品名 ノクセラーBZ、大内新興化学工業(株)製〕0.5重量部、加硫促進剤TeEDC〔商品名 ノクセラーTTTE、大内新興化学工業(株)製〕0.5重量部、および加硫促進

剤DPTT〔商品名ノクセラーTRA、大内新興化学工業(株)製〕0.75重量部を加えて16インチロール(前後のロール温度:50℃)で混練し、未加硫ゴムを得た。得られた未加硫ゴムのムーニー粘度〔ML<sub>1+4</sub>(100℃)〕、JIS K6301で定められている $t_5$ (分)、 $t_{90}$ (分)を測定した。その結果を表7に示す。

【0077】また上記のようにして得られた未加硫ゴムを160℃で20分間プレス加硫して厚み2mmの加硫ゴムシートを調製した。得られた加硫ゴムについて、引

張強さ( $T_B$ )、伸び( $E_B$ )、スプリング硬度( $H_B$ )、JIS A硬度)および圧縮永久歪(CS)を測定した。

【0078】

【表7】

表7

	実施例2	実施例3
平均分散粒子径( $\mu\text{m}$ )		
ポリプロピレン	0.8	—
ポリブテン	—	0.6
未加硫ゴムの物性		
ムーニー粘度	3	3
$t_5$ (分)	8	8
$t_{90}$ (分)	15.7	15.8
加硫ゴムの物性		
$T_B$ (MPa) *1	14.2	13.5
$E_B$ (%) *2	480	490
$H_B$ (%)	72	71
圧縮永久歪(%) *3	35	30
形状賦形率(%) *4	80	80
形状回復率(%) *5	97	97

\*1 表4の\*3参照

\*2 表4の\*3参照

\*3 表4の\*4参照

\*4 表4の\*5参照

\*5 表4の\*6参照

【0079】表7の物性を有する形状記憶性加硫ゴムを用いて以下の方法により、リサイクルゴム成形体を製造した。

1) プレス加硫により生じた形状記憶加硫ゴムの製品不良品を3mm×3mm×2mmのサイズに切断し、リサイクルするために、原料中に含まれているポリプロピレンまたはポリブテンの融点以上である180℃で3分間熱入れた。

2) 160℃の熱を保持したまま、実施例1と同じポリプロピレンパウダーを加硫ゴム100重量部に対して3重量部の割合で配合して加硫ゴム表面に付着するように混ぜ合せた。

3) その後、冷却金型(2mm×125mm×125mm)にキャビティー充填率110vol%で入れ、50tプレス機を用いて加圧(25℃-2分)することによりリサイクルゴム成形体を得た。

【0080】上記方法により得られたリサイクルゴム成形体の物性を表8に示す。

【表8】

表8

	実施例2	実施例3
リサイクル後の加硫ゴム物性		
$T_B$ (MPa)	9.5	9.2
$E_B$ (%)	300	320
$H_B$	75	74

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は実施例で成形したチューブ状スポンジの正面図、(b)はその横断面図である。

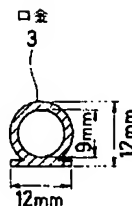
【図2】実施例において用いた口金の横断面図である。

【符号の説明】

1 チューブ状スポンジ

3 口金

【図2】



【図1】

